

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
20. November 2003 (20.11.2003)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 03/095735 A2

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: D06M 15/643,  
C08G 77/04, D06M 15/647, 15/03, C08G 77/388

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP03/04965

(22) Internationales Anmeldedatum:  
13. Mai 2003 (13.05.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
102 21 521.9 14. Mai 2002 (14.05.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von  
US): BAYER AKTIENGESellschaft [DE/DE];  
51368 Leverkusen (DE). GE BAYER SILICONES  
GMBH & CO. KG [DE/DE]; Falkenberg 1, 40699  
Erkrath (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): GUTH, Winfried  
[DE/DE]; Am Hagen 9, 51519 Odenthal (DE). IDEL,  
Rainer [DE/DE]; Mühlenstr. 69, 42929 Wermelskirchen  
(DE). KIERSPE, Detlev [DE/DE]; An den Irlen 9, 40764  
Langenfeld (DE). KOCH, Friedrich [DE/DE]; Mor-  
gengraben 10, 51061 Köln (DE). LANDENBERGER,  
Peter [DE/DE]; Lübecker Str. 1, 50668 Köln (DE).  
MEIER, Helmut-Martin [DE/DE]; Am Oberstuf 3,  
40883 Ratingen (DE). LANGE, Horst [DE/DE]; Tief-  
bauweg 34, 44879 Bochum (DE). WAGNER, Roland  
[DE/DE]; Kolbergerstr. 40, 53175 Bonn (DE). KROTT,  
Jürgen [DE/DE]; Ahrstr. 28a, 51371 Leverkusen (DE).  
MÖLLER, Annette [DE/DE]; Am Widenbusch 63, 51381  
Leverkusen (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BAYER AKTIENGE-  
SELLSCHAFT; 51368 Leverkusen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,  
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,

CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,  
GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,  
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK,  
MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO,  
RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,  
UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH,  
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),  
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,  
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,  
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,  
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG,  
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu  
beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii) für die  
folgenden Bestimmungsstaaten AE, AG, AL, AM, AT, AU,  
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ,  
NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK,  
SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA,  
ZM, ZW, ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD,  
SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY,  
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE,  
BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU,  
IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent  
(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE,  
SN, TD, TG)
- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu  
beantragen und zu erhalten (Regel 4.17 Ziffer ii) für die  
folgenden Bestimmungsstaaten AE, AG, AL, AM, AT, AU,  
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: SOFTENING SILICONE FORMULATIONS FOR TEXTILE FINISHING

(54) Bezeichnung: FORMULIERUNGEN VON SILIKONWEICHMACHERN FÜR DIE TEXTILE AUSRÜSTUNG

(57) Abstract: The invention concerns novel formulations containing at least one quaternized aminoalkylsiloxane and at least one compound selected among: a) non-ionic hydrophilic surfactant compounds, b) hydrophilic dispersants and c) divalent or trivalent metal salts with inorganic acids. Said formulations are excellent textile softeners for finishing textile structures in accordance with continuous or drawing process and are characterized by particular shearing stability.

(57) Zusammenfassung: Die neuen Formulierungen enthaltend mindestens ein quaternisiertes Aminoalkylsiloxan und mindestens eine Verbindung aus der Reihe: a) der hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen, b) der hydrophilen Dispergiermittel und c) der Salze von zwei- oder dreiwertigen Metallen mit anorganischen Säuren, eignen sich hervorragend als Textilweichmacher bei der Ausrüstung von textilen Flächengebilden nach dem Kontinue- oder Ausziehverfahren und zeichnen sich durch besondere Scherstabilität aus.

WO 03/095735 A2



NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW, ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG)

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, die Priorität einer früheren Anmeldung zu beanspruchen (Regel 4.17 Ziffer iii) für alle Bestimmungsstaaten

**Veröffentlicht:**

- ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

### Formulierungen von Silikonweichmachern für die textile Ausrüstung

Die Erfindung betrifft neue Formulierungen auf Basis von quaternierten Aminoalkylsiliconen bzw. -siloxanen, Verfahren zur Herstellung dieser Formulierungen und deren Verwendung als Textilhilfsmittel zur Ausrüstung von Textilmaterialien.

Silikonweichmacher werden vielfältig zur Ausrüstung von Textilmaterialien eingesetzt. Für den praktischen Einsatz der Silikonweichmacheremulsionen sind Anforderungen wie Lagerstabilität, Temperaturstabilität, Resistenz gegenüber Weißtönern und anderen anionischen Textilhilfsmitteln, Resistenz gegen pH-Wert Änderungen und Salzzusatz und gegen die Einwirkung mechanischer Energie von zentraler Bedeutung. Besonders die Stabilität gegen die Einwirkung mechanischer Energie, die Scherstabilität oder Jetstabilität, bereitet Silikonweichmacheremulsionen unter Praxisbedingungen oftmals große Schwierigkeiten (vgl. R. Zyschka, Melliand Textilberichte 6/2001, 497).

Microemulsionen bieten grundsätzlich den Vorteil der thermodynamischen Stabilität. In einer Vielzahl von Veröffentlichungen ist das Gleichgewichtsphasenverhalten in Abhängigkeit von der Struktur des zu emulgierenden Öls und der/des Tenside/s behandelt worden. Systematisch ist ebenfalls der Zusatz von anorganischen Salzen studiert worden (vgl. M. Kahlweit et.al., Langmuir 11[1995], 3382; M. Kahlweit et.al., Langmuir 11[1995]). Das Gleichgewichtsphasenverhalten von Microemulsionen niedermolekularer Silikone ist ebenfalls untersucht worden (EP-A 774482; H. von Berlepsch et.al, Progr. Colloid Polymer Science 111[1998], 107).

Hinsichtlich der weichmachenden Komponenten sind Kombinationen von kohlenwasserstoffbasierten Quats mit Silikonquats (GB-A 1549180) oder auch Siliconpolyethern mit Siliconquats (US-A 4921895) vorgeschlagen worden.

- 2 -

Zur Verbesserung der Hydrophilie werden die weithin benutzten Aminoalkylsiloxanöle zunehmend durch polyethermodifizierte Aminoalkylsiloxanöle ersetzt (vgl. EP-A 578144).

Eine zusätzliche Einführung von Alkoxysilylstrukturen in polyether- und amino-substituierte Silikone ist ebenfalls vorgeschlagen worden (US-A 20020028900).

Echte permanent-hydrophile Textilweichmacher auf Silikonquatbasis sind schließlich in WO 02/10256, WO 02/10257 und WO 02/10259 offenbart worden.

Feinteilige Microemulsionen von Aminoalkylsiloxanen sollen in einem Zweistufenprozess durch Herstellung eines Konzentrates aus Aminoalkylsiloxan, silikonunlöslichem Tensid und wenig Wasser mit anschließendem schnellen Einrühren in Wasser zugänglich sein (US-A 4620878).

Gemäß DE-A 3723697 sollen Aminosiloxanemulsionen durch die Verwendung wasserlöslicher nichtionogener Emulgatoren mechanisch stabil werden. Für extreme Scherbelastungen, wie sie auf modernen Jetanlagen erreicht werden, wurde festgestellt, dass die in DE-A 3723697 offenbarten Erfindungen nicht ausreichen, Ausfällungen in den Jetanlagen und auf den zu behandelnden Textilien zu verhindern.

Gemäß WO 02/10501 sollen aminofunktionelle Organosiliciumverbindungen ohne Verwendung wasserlöslicher nichtionogener Emulgatoren auch in Düsenfärbemaschinen mechanisch stabil werden. Es wurde festgestellt, daß die in WO 02/10501 offenbarten Maßnahmen ebenfalls noch nicht ausreichen, die Ausfällungen auf verschieden vorbehandelten Textilien sicher zu verhindern.

Mechanische Stabilität von Aminosiloxanmicroemulsionen soll auch durch Anwendung von Betainen ggf. in Kombination mit nichtionogenen Tensiden des HLB Bereiches 5 bis 16 erreicht werden können (vgl. US-A 5573694; US-A 5520827).

- 3 -

In der Färbetechnik ist bekannt, komplexe Mischungen, die sulfonierte Alkyl-naphthyl-derivate und halogenierte Kohlenwasserstoffe enthalten, als jetstabile Anfärbeschleunigerformulierungen zu benutzen (US-A 4080166).

Derartige sulfonierte Naphthyl-derivate in Kombination mit Fettalkoholethoxylaten sind ebenfalls zur Stabilisierung von tintenstrahltauglichen Formulierungen vorgeschlagen worden (US-A 6302948). Die Kombination von Fettalkoholethoxylaten mit Pigmenten bestimmter Größe soll ebenfalls zu tintenstrahltauglichen Systemen führen (US-A 6099627).

Schließlich ist noch bekannt, dass Salze starker Säuren, z.B.  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \times 18 \text{H}_2\text{O}$ , die Protonierung kationischer Farbstoffe in Thermotransferdruckpasten sichern, gleichzeitig aber deren Stabilität beeinträchtigen (vgl. US-A 5925701).

Allen zitierten Vorschlägen ist gemein, dass sie keine Hinweise auf Maßnahmen enthalten, wie Emulsionen bzw. Microemulsionen von silikonbasierten Textilweichmachern, vorzugsweise Aminosiloxanen und quaternierten Aminoalkylsiloxanen (Silikonquats), gegen die Einwirkung von hohem mechanischem Energieeintrag der modernen Jetsysteme in Kombination mit stark schwankenden Flottenverhältnissen und den Einfluss variierender Vorbehandlungspräparationen der Fasern sicher stabilisiert werden können. Weiterhin sind aus dem Stand der Technik keine Maßnahmen bekannt, wie die gleichzeitig auftretende hohe Schaumneigung (zieht Fleckenbildung nach sich) von Textilweichmacher-Formulierungen bei hohem mechanischem Energieeintrag begrenzt werden kann.

Es war somit Aufgabe der vorliegenden Erfindung, Maßnahmen zu beschreiben, wie Emulsionen bzw. Microemulsionen von silikonbasierten Textilweichmachern, vorzugsweise quaternierten Aminoalkylsiloxanen (Silikonquats), bei Einwirkung von hohem Energieeintrag (extrem hoher Scherkräfte bei modernen Jetsystemen) in Kombination mit stark schwankenden Flottenverhältnissen und dem Einfluss

- 4 -

variiender Vorbehandlungspräparationen sicher stabilisiert werden können und gleichzeitig die Schaumneigung begrenzt werden kann.

Es wurde überraschend gefunden, dass durch die Kombination von quaternierten Aminoalkylsiloxanen mit stark hydrophilen nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen (Tensiden) und/oder stark hydrophilen Dispergiernmitteln und/oder Salzen mehrwertiger Kationen und gegebenenfalls weiteren üblichen Formulierungsagenzien, diese Aufgabe gelöst werden kann.

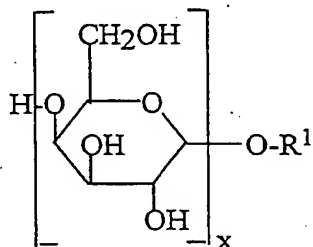
Die vorliegende Erfindung betrifft daher Formulierungen enthaltend mindestens ein quaterniertes Aminoalkylsiloxan und mindestens eine Verbindung aus der Reihe

- a) der hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen
- b) der hydrophilen Dispergiernmittel und
- c) der Salze von zwei- oder dreiwertigen Metallen mit anorganischen Säuren.

Bevorzugte hydrophile, nichtionogene grenzflächenaktive Verbindungen (a) im Sinne der Erfindung sind Substanzen, die die Oberflächenspannung von Wasser auf unter 45 mN/m absenken. Es handelt sich insbesondere um Ethylen/Propylenoxid (EO/PO) modifizierte Verbindungen, gegebenenfalls ungesättigt und/oder verzweigt, aus der Gruppe der Fettalkohole, Fettsäuren, Alkohole, Säuren, Alkylaryl-derivate, Fettamine, Glyceride und Sorbitanester, bei denen die Anzahl der EO/PO Einheiten zwischen 15 und 150 liegt, wobei das Verhältnis von PO Einheiten zu EO-Einheiten bei 0,25 oder unter 0,25 liegt, und bei denen die Anzahl der Ethylenoxideinheiten (EO-Teil) größer oder gleich der Anzahl der Kohlenstoffatome im Nicht-EO Teil ist, und um Alkylpolyglykoside, Ethylenoxid/Propylenoxid Copolymere und Polyethersiloxane.

Hydrophile Dispergiermittel (b) im Sinne der Erfindung sind Substanzen, bei deren Zugaben zu Wasser die Oberflächenspannung auf einen Wert zwischen 72 bis 45 mN/m abgesenkt wird.

Bei den bevorzugten Verbindungen (b) handelt es sich um wasserlösliche Polysaccharide wie Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose oder um Verbindungen der Formel



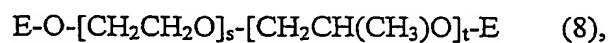
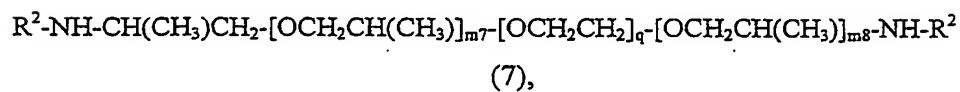
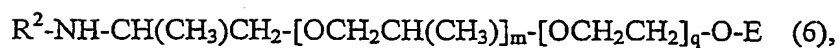
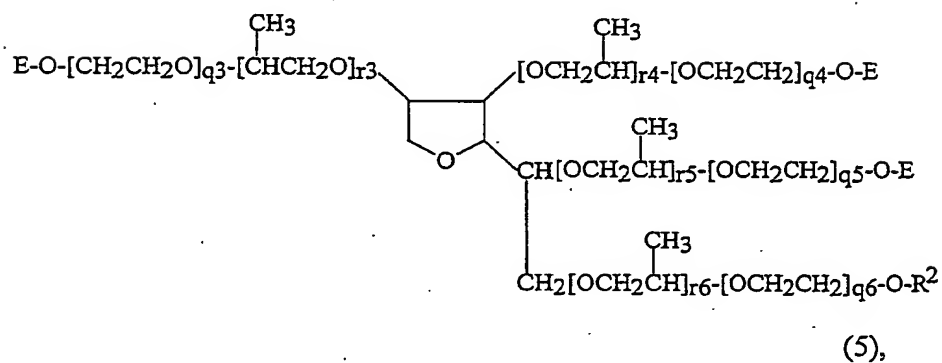
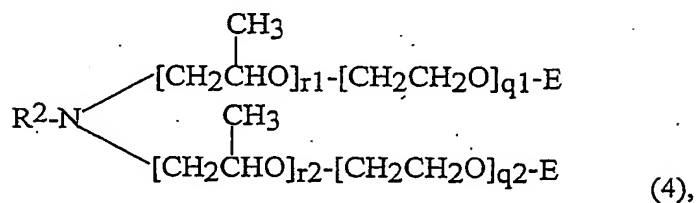
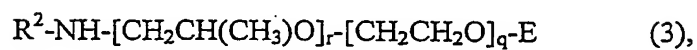
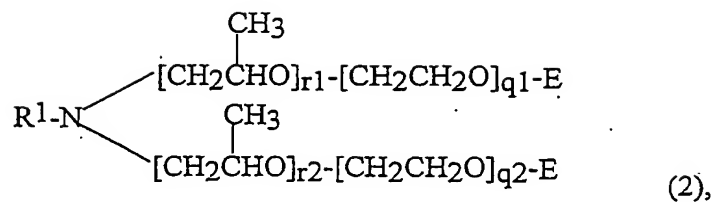
worin

x für 1,5 bis 20, bevorzugt 1,5 bis 10, steht.

Bei den Salzen (c) handelt es sich um zwei- oder höherwertige Metallsalze, vorzugsweise um Calcium-, Magnesium- und Aluminiumsalze, gegebenenfalls in Form ihrer Hydrate, mit anorganischen Säuren wie Salzsäure, Schwefelsäure, Phosphorsäure. Die Gegenionen sind so auszuwählen, dass bei gegebener Stabilität des Salzes eine hinreichende Wasser- bzw. Formulierungslöslichkeit gewährleistet ist. Beispiele derartiger Salze sind  $\text{Ca}(\text{Cl})_2$ ,  $\text{Mg}(\text{Cl})_2$  und  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , gegebenenfalls in Form ihrer Hydrate.

Speziell handelt es sich bei den Verbindungen (a) um solche der Formeln

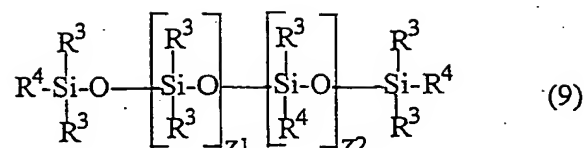




oder ein Polyethersiloxan (9)



- 7 -



worin

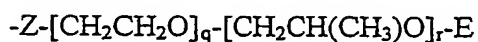
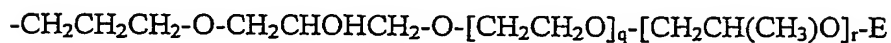
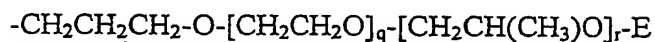
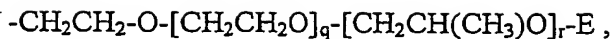
E für einen Rest  $\text{R}^1$ , Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $\text{C}_1\text{-C}_{18}$ -Alkyl, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy-carbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $\text{C}_5\text{-C}_{10}$ -Cycloalkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkyl, -OH,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy-carbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

$\text{R}^1$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes  $\text{C}_8\text{-C}_{40}$ -Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy-carbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkylamino substituiert ist, oder für  $\text{C}_5\text{-C}_{10}$ -Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkyl, -OH,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy-carbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkylamino substituiert ist,

$\text{R}^2$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes  $\text{C}_8\text{-C}_{40}$ -Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy,  $\text{C}_1\text{-C}_4$ -Alkoxy-carbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

$\text{R}^3$  für geradkettiges oder verzweigtes  $\text{C}_1\text{-C}_{26}$  Alkyl oder  $\text{C}_6\text{-C}_{10}$ -Aryl steht,

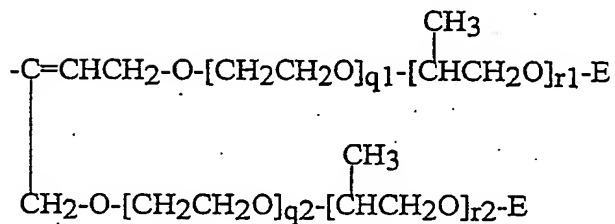
- 8 -



wobei

Z ein geradkettiger oder verzweigter Alkyl- oder Cycloalkylrest ist, der jeweils durch -O- und /oder -CO- unterbrochen und gegebenenfalls durch mindestens eine OH-Gruppe substituiert sein kann

oder



steht,

q für 15 bis 150 steht,

q1 und q2 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von q1 + q2 = q ist,

q3, q4, q5 und q6 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

- 9 -

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 50 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 50 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 50 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und die Summe von  $m_7 + m_8 = m + 1$  ist, und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 150 steht,

$t$  für 5 bis 150 steht,

wobei  $0.05 \leq s : t \leq 20$ ,

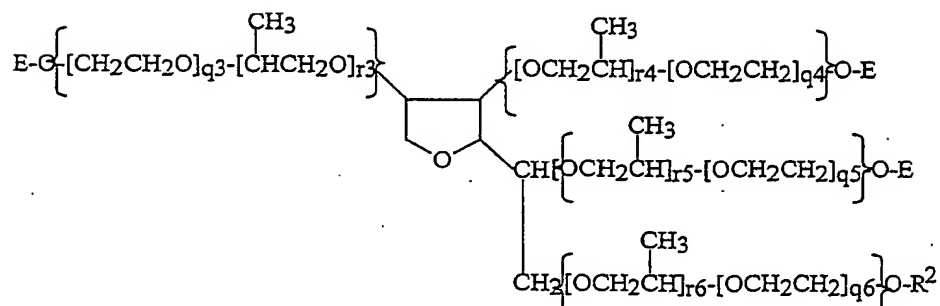
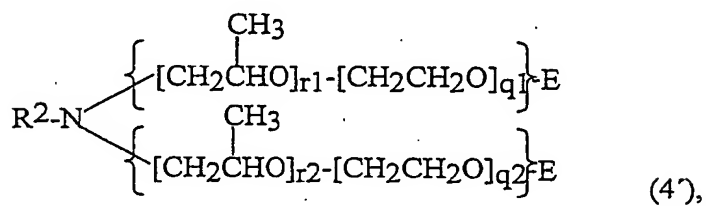
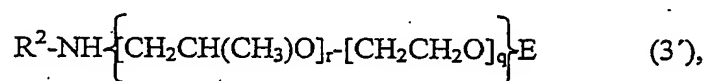
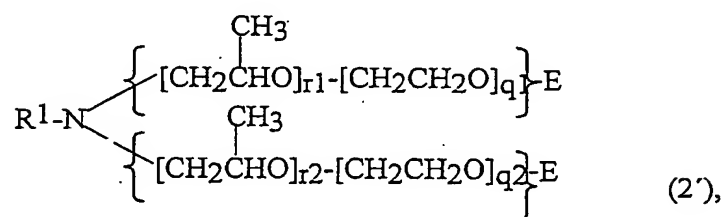
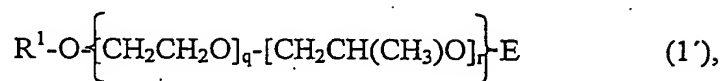
$0 \leq z_1 \leq 2000$

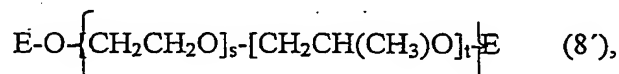
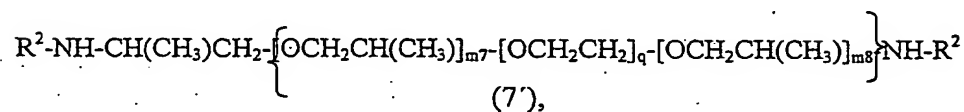
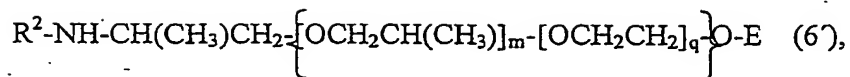
- 10 -

mindestens ein  $R_4 \neq R_3$ , und

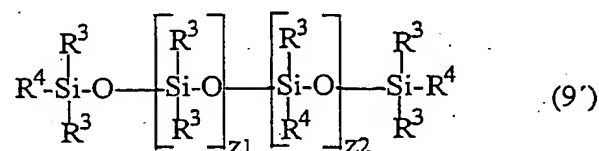
$$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q+r \leq 1.$$

Speziell handelt es sich bei den Verbindungen (a) auch um solche der Formeln (1') bis (9')





oder ein Polyethersiloxan (9')



worin

die in den Formeln (1')-(8') dargestellten Klammerausdrücke „{“ und „{“ bedeuten, dass die innerhalb dieser Klammerausdrücke stehenden Ethylenoxid- bzw. Propylenoxid-Einheiten entweder wie dargestellt blockweise angeordnet sein können oder aber auch beliebig statistisch angeordnet sein können,

E für einen Rest  $R^1$ , Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_{10}$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

$R^1$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes  $C_8$ - $C_{40}$ -Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegeb-

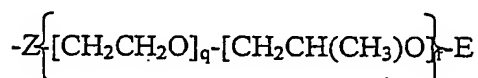
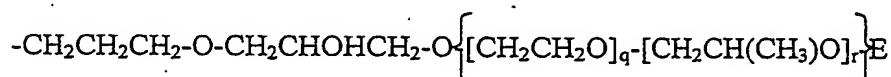
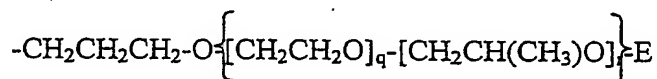
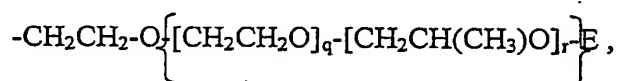
- 12 -

nenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>5</sub>-C<sub>10</sub>-Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> Aryl steht, welches gegebenenfalls substituiert, insbesondere durch C<sub>3</sub>-C<sub>15</sub>-Alkyl substituiert ist.

R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>26</sub> Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,

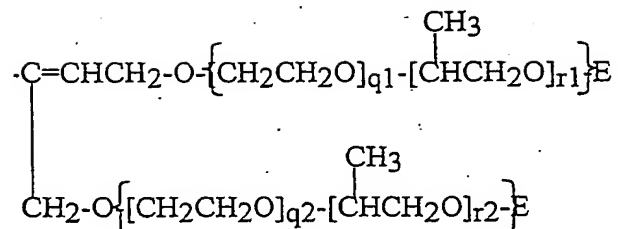
R<sup>4</sup> für R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln



wobei

Z ein geradkettiger oder verzweigter Alkyl- oder Cycloalkyldrest ist, der jeweils durch -O- und /oder -CO- unterbrochen und gegebenenfalls durch mindestens eine OH-Gruppe substituiert

oder



steht,

wobei die in den vorgenannten Formeln dargestellten Klammerausdrücke „{“ und „}“ wiederum bedeuten, dass die innerhalb dieser Klammerausdrücke stehenden Ethylenoxid- bzw. Propylenoxid-Einheiten entweder wie dargestellt blockweise angeordnet sein können oder aber auch beliebig statistisch angeordnet sein können,

q für 15 bis 150 steht,

q1 und q2 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von  $q1 + q2 = q$  ist,

q3, q4, q5 und q6 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von  $q3 + q4 + q5 + q6 = q$  ist,

r für 0 bis 50 steht,

r1 und r2 unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r1 + r2 = r$  ist,

- 14 -

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 50 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 50 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 150, bevorzugt 15-150 steht,

$t$  für 0 bis 150, bevorzugt 5 bis 150 und insbesondere 5 bis 20 steht,

wobei  $t : s \leq 0,25$

$0 \leq z_1 \leq 2000$

$0 \leq z_2 \leq 2000$

mindestens ein  $R_4 \neq R_3$ , und

für Formel (9') gilt:

$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q \leq 1.$

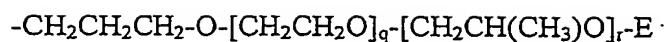


Insbesondere handelt es sich bei den Verbindungen (a) um solche der Formeln (1) bis (9), worin

- E für Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl welches gegebenenfalls 1 bis zweifach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- bis mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,
- R<sup>1</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist,
- R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,
- R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,
- R<sup>4</sup> für einen Rest R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln

- 16 -

oder



steht,

$q$  für 20 bis 100 steht,

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 20 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 7 steht.

- 17 -

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 7 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und die Summe von  $m_7 + m_8 = m + 1$  ist, und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 100 steht,

$t$  für 5 bis 100 steht,

wobei  $0.05 \leq s : t \leq 20$ ,

$0 \leq z_1 \leq 2000$

$0 \leq z_2 \leq 2000$

mindestens ein  $R_4 \neq R_3$ ,

und

$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q + r \leq 0,5$ .

Insbesondere handelt es sich bei den Verbindungen (a) auch um solche der Formeln (1') bis (9'), worin

E für Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl welches gegebenenfalls 1 bis zweifach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- bis

- 18. -

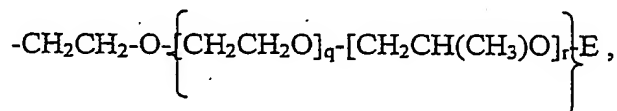
mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

R<sup>1</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> Aryl steht, welches gegebenenfalls substituiert, insbesondere durch C<sub>3</sub>-C<sub>15</sub>-Alkyl substituiert ist.

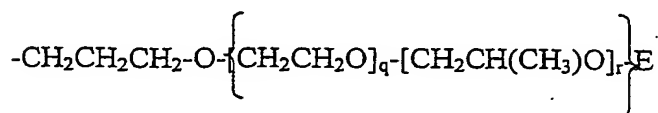
R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> -Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,

R<sup>4</sup> für einen Rest R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln



oder



- 19 -

$q$  für 20 bis 100 steht,

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 20 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 7 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 7 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

- 20 -

s für 5 bis 100, bevorzugt 15 bis 100 steht,

t für 5 bis 100, bevorzugt 5 bis 20 steht,

wobei  $t: s \leq 0,25$

$0 \leq z1 \leq 2000$

$0 \leq z2 \leq 2000$

mindestens ein  $R4 \neq R3$ ,

und

für die Formel (9') gilt:

$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q \leq 0,5.$

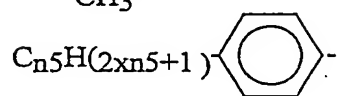
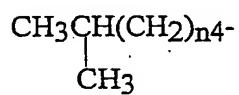
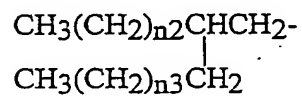
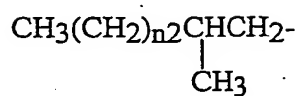
Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Verbindungen (a) um solche der Formeln (1) bis (9), worin

E für H-, CH<sub>3</sub>-, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>-, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH-, CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- oder CH<sub>3</sub>C(O)-

steht,

R<sup>1</sup> für einen Rest der Formeln

- 21 -



mit

$$n1 = 9 \text{ bis } 23,$$

$$n2 = 3 \text{ bis } 23,$$

$$n3 = 0 \text{ bis } 18,$$

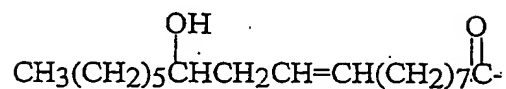
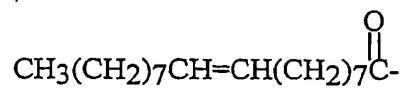
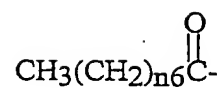
$$n4 = 7 \text{ bis } 23,$$

$$n5 = 3 \text{ bis } 15,$$

steht,

$R^2$  für einen Rest der Formeln

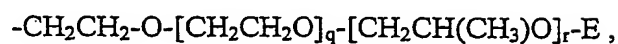
- 22 -



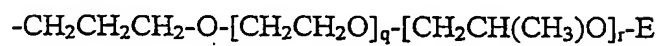
mit

 $n6 = 8$  bis bis 28,

steht,

 $R^3$  für  $C_1$ - $C_{18}$  -Alkyl oder  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl steht, $R^4$  für einen Rest  $R^3$  oder für einen Rest der Formeln

oder



steht,

 $q$  für 25 bis 60 steht, $q1$  und  $q2$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,



- 23 -

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 10 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist, und

$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q+r \leq 0,1$

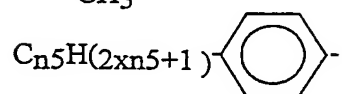
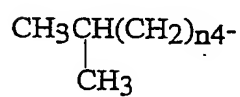
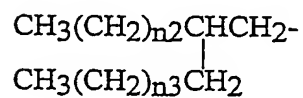
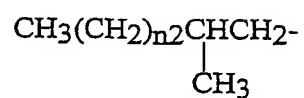
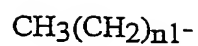
Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Verbindungen (a) auch um solche der Formeln (1') bis (9'), worin

E für  $H-$ ,  $CH_3-$ ,  $CH_3CH_2-$ ,  $CH_3CH_2CH_2-$ ,  $(CH_3)_2CH-$ ,  
 $CH_3CH_2CH_2CH_2-$  oder  $CH_3C(O)-$

steht,

$R^1$  für einen Rest der Formeln

- 24 -



mit

$$n1 = 9 \text{ bis } 23,$$

$$n2 = 3 \text{ bis } 23, \text{ bevorzugt } 6 \text{ bis } 23$$

$$n3 = 0 \text{ bis } 18, \text{ wobei bevorzugt } n2 + n3 \leq 31 \text{ ist,}$$

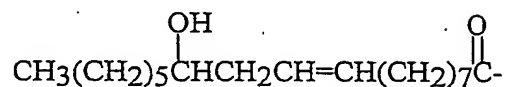
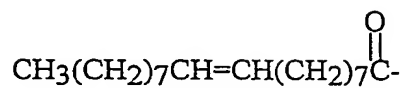
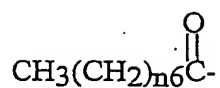
$$n4 = 7 \text{ bis } 23,$$

$$n5 = 3 \text{ bis } 15,$$

steht,

$R^2$  für einen Rest der Formeln

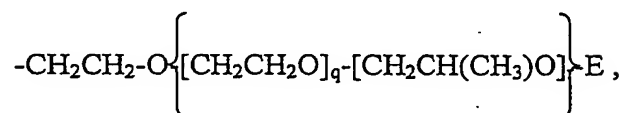
- 25 -



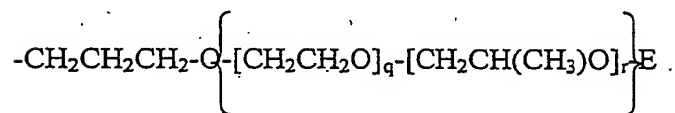
mit

 $n6 = 8$  bis  $28$ ,

steht,

 $R^3$  für  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl oder  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl steht, $R^4$  für einen Rest  $R^3$  oder für einen Rest der Formeln

oder



steht,

 $q$  für  $25$  bis  $60$  steht, $q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für  $25$  bis  $60$  stehen,

- 26 -

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 10 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist, und

für die Formel (9') gilt:

$$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q \leq 0,1$$

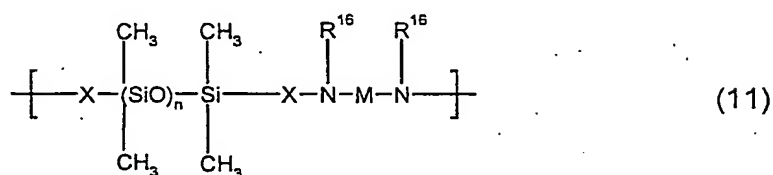
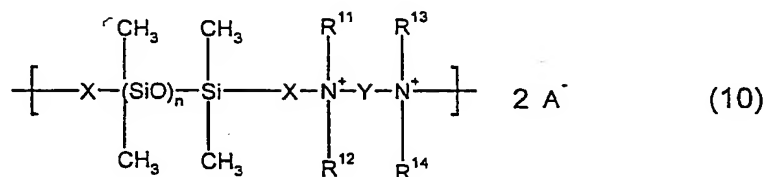
Ganz besonders bevorzugt sind erfindungsgemäße Formulierungen, die als Verbindung (a) den Ester aus Stearinsäure und 40 mol EO enthalten.

Die erfindungsgemäßen Formulierungen enthalten mindestens eine am Stickstoff quaternierte Aminoalkylsiloxan-Verbindung (Silikonquat). Derartige Verbindungen und deren Herstellung sind bekannt, z.B. aus WO 02/10 256, WO 02/10 257, WO 02/10 259, EP 282 720, EP 17 121, DE-A 100 36 533, DE-A 100 36 539, DE-A 100 36 532, DE-A 100 36 522 und DE -A 102 12 470.

Bevorzugt entsprechen die in den erfindungsgemäßen Formulierungen enthaltenen quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen linearen oder cyclischen Poly-

- 27 -

siloxanpolymeren der WO 02-10259 mit sich wiederholenden wesentlichen Struktureinheiten der Formeln (10) und (11)



worin

X ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen ist, der eine Hydroxylgruppe aufweisen kann und bevorzugt eine Hydroxylgruppe aufweist und der durch ein Sauerstoffatom unterbrochen sein kann, und die Gruppen X in den Wiederholungseinheiten gleich oder verschieden sein können,

Y ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 2 Kohlenstoffatomen ist, der eine Hydroxylgruppe aufweisen und der durch ein oder mehrere Sauerstoff- oder Stickstoffatome unterbrochen sein kann,

R<sup>11</sup>, R<sup>12</sup>, R<sup>13</sup> und R<sup>14</sup> gleich oder verschieden sind und Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Benzylreste bedeuten oder jeweils die Reste R<sup>11</sup> und R<sup>13</sup> oder R<sup>12</sup> und R<sup>14</sup> Bestandteile eines verbrückenden Alkylenrestes sein können,

- 28 -

$R^{16}$  H oder ein Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen ist, der sauerstoffsubstituiert sein kann,

M die Struktur  $-B-O-(EOx)_v(POx)_w-B-$ , worin

EOx eine Ethylenoxideinheit und POx eine Propylenoxideinheit ist,

B gradkettiges oder verzweigtes  $C_2$  bis  $C_6$  Alkylen,

v 0 bis 200,

w 0 bis 200,

$v+w \geq 1$  entspricht,

n 2 bis 1000, worin die n in den Wiederholungseinheiten gleich oder verschieden sein können, und

A- ein anorganisches oder organisches Anion bedeutet.

Die erfindungsgemäßen Formulierungen enthalten gegebenenfalls auch beliebige Mischungen der oben bezeichneten quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen mit den entsprechenden nicht quaternierten Verbindungen. Bei diesen nicht quaternierten Verbindungen fehlt somit in der Formel (10) an den Stickstoffatomen in der Hauptkette jeweils einer der Reste  $R^{11}$  oder  $R^{12}$  bzw.  $R^{13}$  oder  $R^{14}$ .

Die erfindungsgemäß bevorzugten quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen sind Gegenstand der WO 02/10 259 und dort allgemein und speziell beschrieben. Der Inhalt der WO 02/10 259 soll hiermit durch die vorliegende Anmeldung in vollem Umfang umfasst werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung stehen die Mengen an hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen (a) und/oder hydrophilen Dispergiermitteln (b) und/oder Salzen (c) zu den Mengen an quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen in einem Gewichtsverhältnis  $\Omega$  von  $\Omega = 0.05$  bis 10, bevorzugt  $\Omega = 0.05$  bis 5, speziell  $\Omega = 0.05$  bis 3, ganz speziell  $\Omega = 0.05$  bis 1.  $\Omega$  bildet nur das Verhältnis von Gesamtmenge Komponente (a) bis (c) zu Menge an Silikonquat ab. Bei Verwendung zu geringer Mengen an Zusatz (a) und/oder (b) und/oder (c) erschöpft sich die wirksame Stabilisierung bei der Faserausrüstung, d.h. z.B., dass die Scherstabilität unter Umständen bei starker mechanischer Scherung, hohen Temperaturen, langen Ausrüstungszyklen nicht immer aufrecht erhalten werden kann. Sehr große Zusatzmengen sind unökonomisch und können den Weichgriff des Textils in unerwünschter Weise verändern.

Die Zugabe der beschriebenen Zusätze a) bis c) kann auf zwei Arten erfolgen. Es ist einerseits möglich, dass die erfindungsgemäßen Zusätze in die Formulierungen direkt eingebracht werden. Andererseits kann es unter Praxisbedingungen bevorzugt sein, die Formulierungen zunächst auf Anwendungskonzentration zu verdünnen und anschließend die erfindungsgemäßen Zusätze in die bereitete Flotte zu geben.

Die erfindungsgemäßen Formulierungen können neben den Komponenten (a) und/oder (b) und/oder (c) noch weitere grenzflächenaktive Komponenten (f), die eine Emulgierung bzw. Microemulgierung ermöglichen, enthalten.

Bei diesen Komponenten (f) handelt es sich um übliche, dem Fachmann bekannte Formulierungsagentien zur Herstellung der Silikon(mikro)emulsionen, die jedoch allein nicht gegen hohen Energieeintrag stabil sind. Als solche bevorzugten Komponenten sind f1) bis f6) zu nennen: f1) Oxalkylierungsprodukte, die durch Alkoxylierung mit Ethylenoxid oder Propylenoxid von Kondensationsprodukten phenolischer OH-gruppenhaltiger Aromaten mit Formaldehyd und NH-funktionellen Gruppen erhältlich sind. f2) nicht-ionische oder ionisch modifizierte Verbindungen aus der Gruppe der Alkoxylate, Alkylolamide, Ester, Aminoxide und Alkylpoly-

glykoside, insbesondere Umsetzungsprodukte von Alkylenoxiden mit alkylierbaren Verbindungen, wie z.B. Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, Phenolen, Alkylphenolen, Carbonsäureamiden und Harzsäuren. Hierbei handelt es sich z.B. um Ethylenoxidether aus der Klasse der Umsetzungsprodukte von Ethylenoxid mit gesättigten und/oder ungesättigten Fettalkoholen mit 6 bis 25 C-Atomen (kommerziell erhältlich beispielsweise in Form der Produktreihe Renex®) oder Alkylphenolen mit 4 bis 12 C-Atomen im Alkylrest oder gesättigten und/oder ungesättigten Fettaminen mit 14 bis 20 C-Atomen oder gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren mit 14 bis 22 C-Atomen oder aus natürlichen oder modifizierten, gegebenenfalls hydrierten Rizinusölfettkörper hergestellte Veresterungs- und/oder Arylierungsprodukte, die gegebenenfalls durch Veresterung mit Dicarbonsäuren zu wiederkehrenden Struktureinheiten verknüpft sind. f3) ionische oder nicht-ionische Verbindungen aus der Gruppe der Umsetzungsprodukte von Alkylenoxid mit Sorbitanester [Tween, ICI], oxalkylierte Acetylendirole und glykole, oxalkylierte Phenole, insbesondere Phenol/Styrol-Polyglykolether. f4) ionische oder nichtionische polymere oberflächenaktive Mittel aus der Gruppe der Homo- und Copolymerisate, Pfropf- und Pfropfcopolymerisate sowie statistische und lineare Blockcopolymerisate. f5) anionische oberflächenaktive Mittel wie beispielsweise Alkylsulfate, Ethersulfate, Ethercarboxylate, Phosphatester, Sulfosuccinatamide, Paraffinsulfonate, Olefinsulfonate, Sarcosinate, Isothionate und Taurate f6) amphotere oberflächenaktive Mittel wie Betaine und Ampholyte, insbesondere Glycinate, Propionate und Imidazoline.

Besonders bevorzugte Formulierungsbestandteile (f) sind alkoxylierte Fettalkohole, verzweigte Fettalkohole und Fettsäuren mit 4 bis 14 Alkoxydeinheiten, ganz besonders bevorzugte Formulierungsbestandteile (f) sind alkoxylierte Fettalkohole, verzweigte Fettalkohole mit 6 bis 12 Alkoxydeinheiten, speziell Formulierungen, die den Ether von Tridecylalkohol mit 12 mol EO, den Ether von Tridecylalkohol mit 6 mol EO enthalten.



Die Formulierungsbestandteile werden im allgemeinen in üblichen Mengen der erfindungsgemäßen Formulierung zugesetzt. Bevorzugt werden die Komponenten (f) in Mengen von 1 bis 200 Gew.%, bevorzugt 10 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt 10-50 Gew.-% bezogen auf das quaternierte Aminoalkylsiloxan zugesetzt.

Die Formulierungen können neben den Komponente(n) (a) bis (c) jeweils allein oder in Kombination und den Zusätzen (f) auch noch weitere Hilfsmittel in den für diese Hilfsmittel üblichen Mengen enthalten.

Übliche Hilfsmittel im Sinne der Erfindung sind u.a. Egalisierungsmittel, Netzmittel, Glanzausrüstungsmittel, Faserschutzmittel, Schiebefestmittel und weitere Hilfsmittel nach Stand der Technik. Eine gute Übersicht der erfindungsgemäßen Hilfsmittel findet sich in Chwala/Anger, Handbuch der Textilhilfsmittel, Verlag Chemie, Weinheim 1977. Darüberhinaus können Puffersysteme zur Einstellung eines optimalen pH-Wertes während der Ausrüstung eingearbeitet werden.

Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Formulierungen können die quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen mit den Komponenten (a), (b) und/oder (c), gegebenenfalls unter Zusatz weiterer, oben genannter Bestandteile, gemischt werden, bevorzugt im Temperaturbereich von 20 bis 90°C, besonders bevorzugt bei 25 bis 70°C, ganz besonders bevorzugt bei 30 bis 60°C.

Die quaternierten Aminoalkylsiloxane werden dabei bevorzugt zu der/den Verbindung(en) (a), (b) und/oder (c) gegeben; besonders bevorzugt wird das quaternierte Aminoalkylsiloxan (Silikonquat) vorgelegt und die Emulsionsbildung durch Zugabe der Verbindung(en) (a), (b) und/oder (c) und gegebenenfalls weiterer Zusätze vervollständigt.

Die erfindungsgemäßen Formulierungen eignen sich hervorragend als Textilweichmacher bei der Ausrüstung von textilen Flächengebilden, insbesondere solchen aus Baumwolle, Keratinfasern, bevorzugt Wolle, Seide oder Synthefasern oder

spielsweise sehr gut für die Ausrüstung von textilen Flächengebilden aus Mischungen von Baumwolle mit Polyester, Polyamid, Polyacrylnitril, Wolle oder Seide einsetzen. Exzellente Ergebnisse werden gleichermaßen bei der Ausrüstung textiler Flächengebilde aus Synthefasern, insbesondere aus Polyester, Polyamid, Polypropylen oder Mischungen daraus erzielt.

Unter textilen Flächengebilden sind bevorzugt Gewebe, Gewirke, Maschenware und Vliese zu verstehen.

Als besonders vorteilhaft hat sich die Verwendung der erfindungsgemäßen Formulierungen für die Ausrüstung von Baumwolle oder baumwollhaltigen Textilien, die mit anionischen Weißtönern vorbehandelt wurden, nach dem Jet-Verfahren erwiesen.

Beim Einsatz der erfindungsgemäßen Formulierungen können nicht nur hervorragende Weichmacher-Ergebnisse erreicht werden, vielmehr werden auch andere Eigenschaften des Textils, wie die Vernähbarkeit, verbessert oder der Glanz erhöht.

Die Ausrüstung erfolgt im allgemeinen nach dem Kontinue-Verfahren (Foulard- oder Lisseuse- Verfahren) oder nach dem Ausziehverfahren (Jet-Verfahren). Bei Anwendung der erfindungsgemäßen Formulierungen nach einem dieser Ausrüstungsverfahren hat es sich als vorteilhaft erwiesen, die folgenden technologischen Parameter einzuhalten:

- **Kontinue (z.B. Foulard, Lisseuse)**

1. Bei 11%iger Silikonkonzentration: 5-50 g/l, bevorzugt 10-40 g/l und speziell 10-25 g/l Formulierung SQ (= Silikonquat) + a) bis c)
2. Ausrüstungstemperatur: Raumtemperatur
3. Trocknungstemperatur: 75-105°C im Umlufttrockenschrank oder 10-60 sec auf dem Spannrahmen bei 150°C, besonders 30-45 sec
4. Zeit im Umlufttrockenschrank: 10-20 Minuten

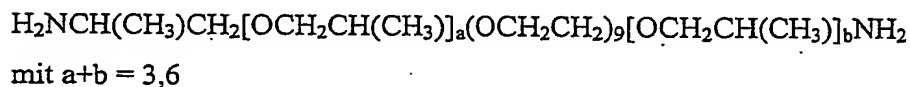
- **Ausziehverfahren (z.B. Jet, Haspelkufe)**

1. Bei 11%iger Silikonkonzentration: 1,0-5,0 %, bevorzugt 1,5-3,5 % und speziell 1,5-2,5 %
2. Ausrüstungstemperatur: 30-60°C, bevorzugt 35-50°C und speziell 35-45°C
3. Aufheizrate: 2-4°C/Minute
4. Ausrüstungszeit: 15-25 Minuten
5. Flottenverhältnis: 1:5 bis 1:50, besonders 1:10 bis 1:30
6. Trocknungstemperatur 75-105°C im Umlufttrockenschrank oder 10-60 sec auf dem Spannrahmen bei 150°C, besonders 30-45 sec
7. Zeit im Umlufttrockenschrank: 10-20 Minuten

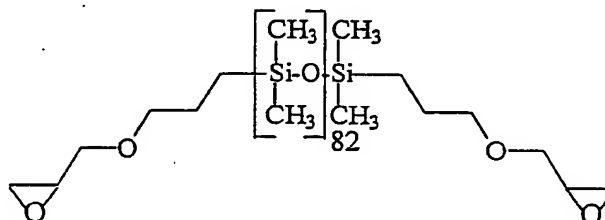
Beispiele

In den nachstehenden Formulierungen wurde ein gemäß WO 02/10259, Beispiel 1 synthetisiertes Silikonquat (SQ) eingesetzt, welches folgende Strukturelemente aufweist und folgendermaßen hergestellt wird:

1a) In einem 1 Liter Dreihalskolben wurden 24 g Wasser und 4,18 g (0,048 mol tertiäre Aminogruppen) N,N,N',N'-Tetramethyl-1,6-hexandiamin und 3,8 g (0,012 mol primäre Aminogruppen) eines unter dem Handelsnamen Jeffamin® ED 600 erhältlichen Alkylenoxiderivates der Struktur

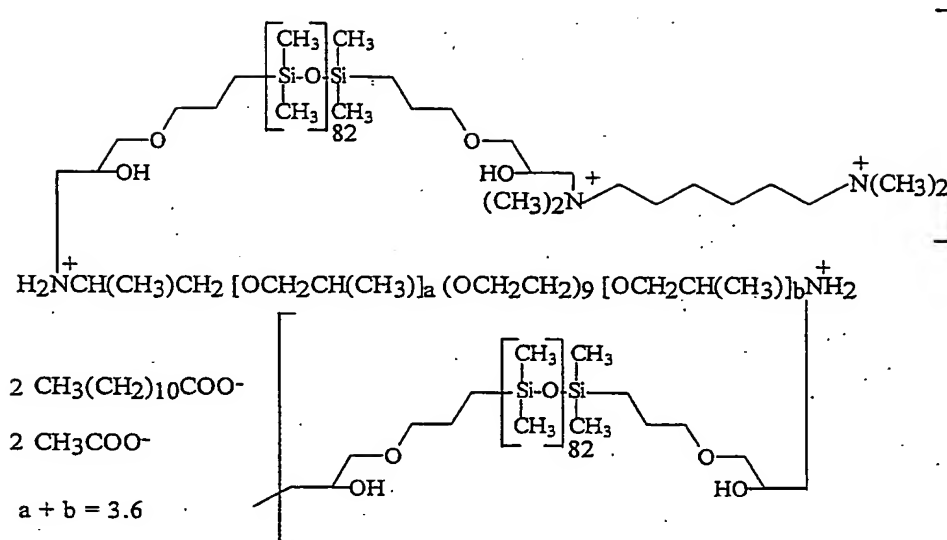


bei Raumtemperatur vorgelegt. Innerhalb von 5 Minuten wurden 12,0 g (0,03 mol) Dodecansäure in Form einer 50 %igen Lösung in 2-Propanol und 1,8 g (0,03 mol) Essigsäure zugesetzt. Nach Erwärmung des Ansatzes auf 50°C wurden innerhalb von 30 Minuten 194,1 g (0,06 mol Epoxygruppen) eines Epoxysiloxans der durchschnittlichen Zusammensetzung



und 30 ml 2-Propanol zugetropft. Die gelbe, trübe Mischung wurde 6 Stunden auf Rückflußtemperatur erhitzt. Nach Entfernung aller bis 100°C und bei 2 mmHg im Vakuum flüchtigen Bestandteile werden 204 g eines leicht gelben, trüben Materials erhalten, welches folgende Strukturelemente enthält

- 35 -



Ausgehend von diesem Silikonmaterial wurden drei Microemulsionskonzentrate folgender Zusammensetzung hergestellt:

Formulierung 1 (F1)	Formulierung 2 (F2)	Formulierung 3 (F3)
430g SQ	430g SQ	430g SQ
258g Renex® 36	125g Renex® 36	125g Renex® 36
44.5g Renex® 30	44.5g Renex® 30	44.5g Renex® 30
10g Essigsäure	10g Essigsäure	10g Essigsäure
7.5g Natriumacetat	7.5g Natriumacetat	7.5g Natriumacetat
245g dest. Wasser	245g dest. Wasser	245g dest. Wasser
	79.5g 2-Propanol	79.5g 2-Propanol
	87.5g Crodet S40	59g Crodet® S40

Diese drei Microemulsionskonzentrate (etwa 40 %ig bezüglich SQ) werden mit Wasser einheitlich auf jeweils 11 % Silikonquatgehalt verdünnt. Von diesen 11 %igen transparenten Microemulsionen werden jeweils 6 g (absolute Silikonquatmenge 0.66 g) abgenommen, mit 6000 ml Wasser und ggf. Zusätzen intensiv vermischt und unter folgenden Randbedingungen zur Jetausrüstung benutzt:

Jettyp: Mathis Labor-Jumbo-Jet

Jetpumpe: Stufe 6 (höchstmögliche Scherung)

Wassermenge im Jet: 6000 ml

Ausrüstung: 15 Minuten bei 40°C

Trocknung: 80°C

Textil: 300g gebleichtes und mit optischem Aufheller (z.B. Blankophor® BA behandeltes Baumwolljersey).

In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse der Ausrüstversuche zusammengefasst.

Nr.	Formul.	Zusatz	Silikonfällung*	Griff nach Trocknung**	Hydrophilie***	Schaumhöhe im Jet in cm
1	F1		starke Fällung, klebrig	ok	ok	12-13
2	F1	0.39g Renex® 36 0.06g Renex ®30	starke Fällung, klebrig	ok	ok	12-13
3	F1	0.5g Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ×16H <sub>2</sub> O	keine Fällung, wenige Flusen	ok	ok	5-6
4	F1	0.05g Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> ×16H <sub>2</sub> O 3g MgCl <sub>2</sub> ×6H <sub>2</sub> O	keine Fällung, wenige Flusen	ok	ok	5-6
5	F2		keine Fällung, keine Flusen	ok	ok	6-7
6	F3	0.02g Crodet® S40	keine Fällung, keine Flusen	ok	ok	6-7
7	F1	0.18g Crodet® S40	keine Fällung, keine Flusen	ok	ok	6-7

\* Abscheidung an Glas- und Stahlteilen des Jets

\*\* silikonartig weich mit Volumengewinn

\*\*\* Tropfeneinsinkzeit ≤ 3 Sekunden

Renex® 36 Handelsname der ICI Surfactants; Tridecylalkohol-(EO)<sub>12</sub>-OH

Renex® 30 Handelsname der ICI Surfactants; Tridecylalkohol-(EO)<sub>6</sub>-OH

Crodet® S40 Handelsname der Croda GmbH; Stearinsäure-(EO)<sub>40</sub>-OH

Versuch 1 beschreibt das inakzeptable Ergebnis eines nicht erfindungsgemäßen Versuchs gemäß dem Stand der Technik. Eine Verdoppelung der Tensidmenge beider Renex-Typen führt nicht zu einer Verhinderung der Ausfällung (Versuch 2, nicht erfindungsgemäß).

Die Versuche 3 und 4 belegen, dass durch einen erfindungsgemäßen Zusatz von Salzen mehrwertiger Kationen eine Ausfällung sicher verhindert werden kann. Aluminiumsalze sind effektiver als Magnesiumverbindungen.

Versuch 5 zeigt, dass durch einen erfindungsgemäßen Einbau von hydrophilen grenzflächenaktiven Verbindungen direkt in die Formulierung eine Ausfällung zuverlässig verhindert wird. Dies trifft auch auf eine ebenfalls erfindungsgemäße partielle nachträgliche Hinzufügung (Versuch 6) oder erfindungsgemäße vollständige Hinzufügung (Versuch 7) dieser hydrophilen grenzflächenaktiven Verbindung zu.

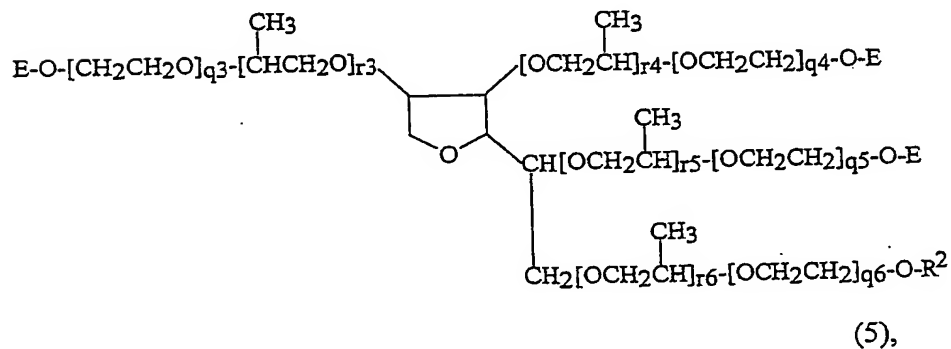
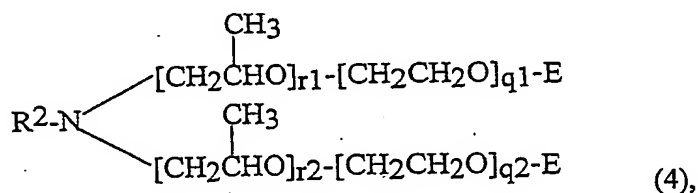
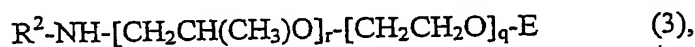
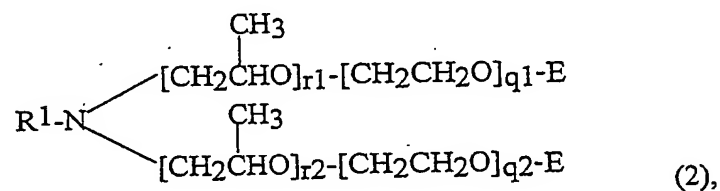
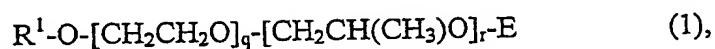


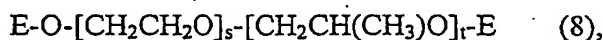
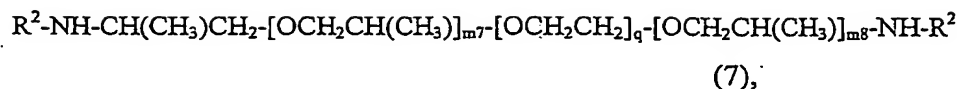
### Patentansprüche

1. Formulierungen enthaltend mindestens ein quaternisiertes Aminoalkylsiloxan und mindestens eine Verbindung aus der Reihe
  - a) der hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen,
  - b) der hydrophilen Dispergiermittel und
  - c) der Salze von zwei- oder dreiwertigen Metallen mit anorganischen Säuren.
2. Formulierungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen (a) um Ethylen/Propylenoxid (EO/PO) modifizierte Verbindungen, gegebenenfalls ungesättigt und/oder verzweigt, aus der Gruppe der Fettalkohole, Fettsäuren, Alkohole, Säuren, Alkylaryl-derivate, Fettamine, Glyceride und Sorbitanester, handelt, bei denen die Anzahl der EO/PO Einheiten zwischen 15 und 150 liegt, wobei das Verhältnis von PO Einheiten zu EO-Einheiten bei gleich oder unter 0.25 liegt, und bei denen die Anzahl der Ethylenoxideinheiten (EO-Teil) größer oder gleich der Anzahl der Kohlenstoffatome im Nicht-EO Teil ist, und um Alkylpolyglykoside, Ethylenoxid/Propylenoxid Copolymere und Polyethersiloxane handelt.
3. Formulierungen gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den hydrophilen Dispergiermitteln (b) um wasserlösliche Polysaccharide aus der Gruppe der substituierten Cellulosen handelt.
4. Formulierungen gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Salzen (c) um solche der Metalle Calcium, Magnesium und Aluminium mit Salzsäure, Schwefelsäure oder

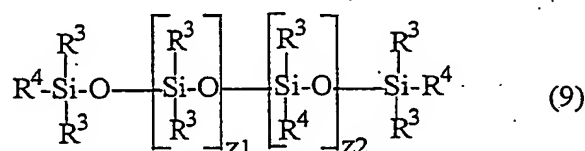
Phosphorsäure handelt, wobei die Salze auch in in Form ihrer Hydrate vorliegen können.

5. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Verbindung (a) um eine Verbindung der Formeln (1) bis (9)





oder



handelt,

worin

E für einen Rest  $R^1$ , Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_{10}$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

$R^1$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes  $C_8$ - $C_{40}$ -Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-  $C_1$ - $C_4$ -Alkylamino substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_{10}$ -Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff-

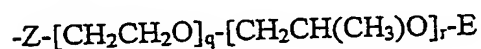
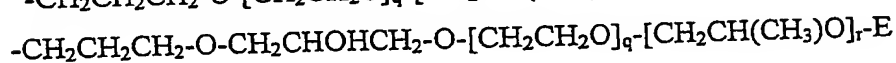
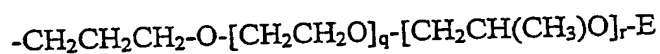
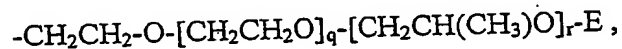
- 42 -

ein- oder mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl-amino substituiert ist,

R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>8</sub>-C<sub>40</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>26</sub> Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,

R<sup>4</sup> für R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln

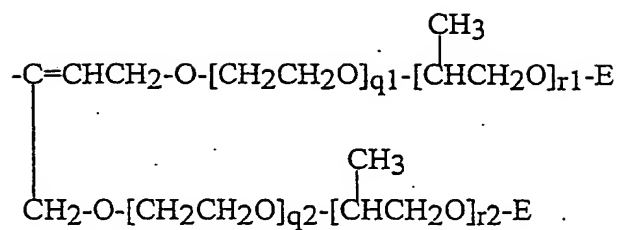


worin

Z ein geradkettiger oder verzweigter Alkyl- oder Cycloalkylrest ist, der jeweils durch -O- und /oder -CO- unterbrochen und gegebenenfalls durch mindestens eine OH-Gruppe substituiert sein kann,

oder

- 43 -



steht,

q für 15 bis 150 steht,

q1 und q2 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von  $q1 + q2 = q$  ist,

q3, q4, q5 und q6 unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von  $q3 + q4 + q5 + q6 = q$  ist,

r für 0 bis 50 steht,

r1 und r2 unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r1 + r2 = r$  ist,

r3, r4, r5 und r6 unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r3 + r4 + r5 + r6 = r$  ist, unddas Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

m für 1 bis 50 steht.

- 44 -

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 50 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und die Summe von  $m_7 + m_8 = m + 1$  ist, und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 150 steht,

$t$  für 5 bis 150 steht,

wobei  $0.05 \leq s : t \leq 20$ ,

$0 \leq z_1 \leq 2000$ ,

$0 \leq z_2 \leq 2000$ ,

mindestens ein  $R_4 \neq R_3$ , und

$0.01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q + r \leq 1$

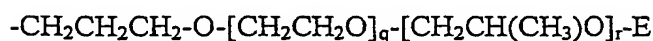
6. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Verbindung (a) um eine Verbindung der Formeln (1) bis (9) gemäß Anspruch 5 handelt, wobei

E für Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl welches gegebenenfalls 1 bis zweifach durch  $-OH$ ,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- bis mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl,  $-OH$ ,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

- R<sup>1</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist, oder für C<sub>5</sub>-C<sub>6</sub>-Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl, -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylamino substituiert ist,
- R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,
- R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> -Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,
- R<sup>4</sup> für einen Rest R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln



oder



steht,

- 46 -

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 20 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 7 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 7 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und die Summe von  $m_7 + m_8 = m$  ist, und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 100 steht.



- 47 -

t für 5 bis 100 steht,

wobei  $0.05 \leq s : t \leq 20$ ,

$0 \leq z1 \leq 2000$ ,

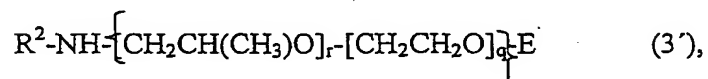
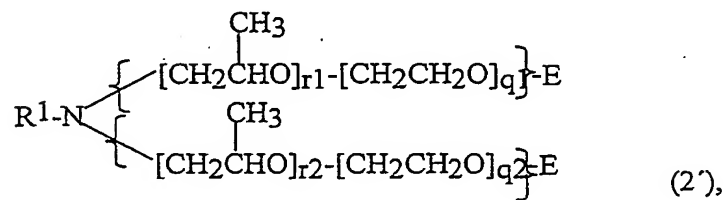
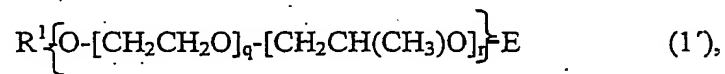
$0 \leq z2 \leq 2000$ ,

mindestens ein  $R4 \neq R3$ ,

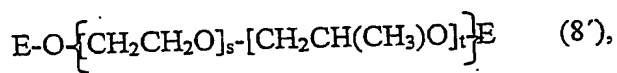
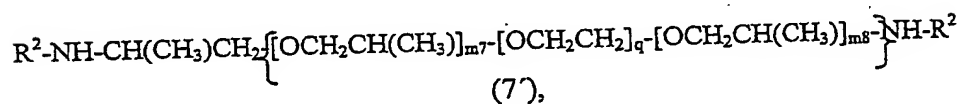
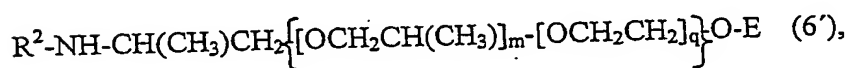
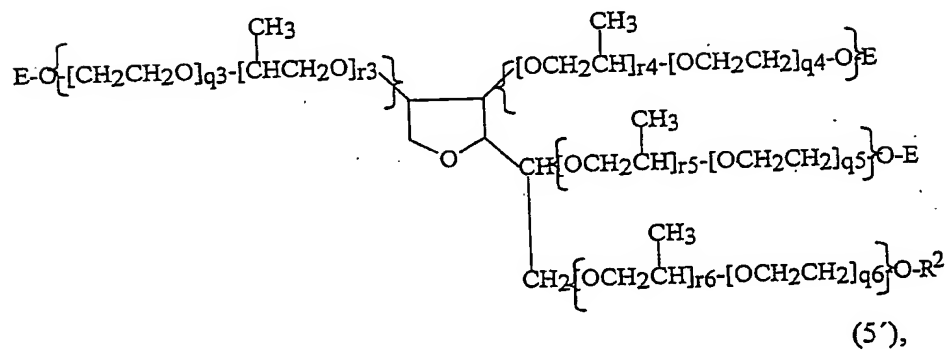
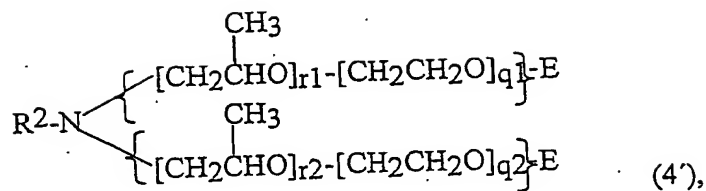
und

$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q+r \leq 0,5$ .

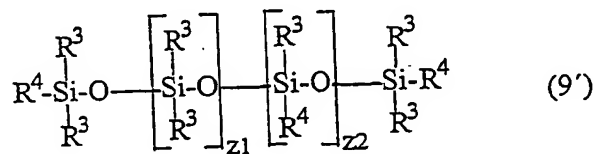
7. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Verbindung (a) um eine Verbindung der Formeln (1') bis (9')



- 48 -



oder ein Polyethersiloxan (9')



handelt,

worin

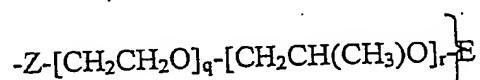
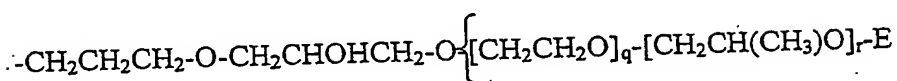
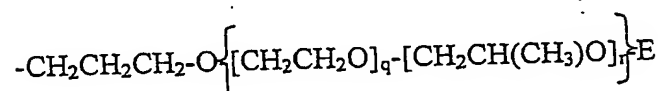
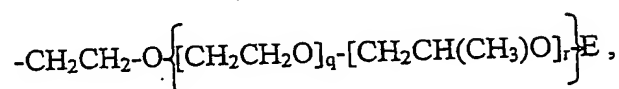
die in den Formeln (1')-(8') dargestellten Klammerausdrücke „{“ und „}“

Ethylenoxid- bzw. Propylenoxid-Einheiten entweder wie dargestellt blockweise angeordnet sein können oder aber auch beliebig statistisch angeordnet sein können,

- E für einen Rest  $R^1$ , Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_{10}$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,
- $R^1$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes  $C_8$ - $C_{40}$ -Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-  $C_1$ - $C_4$ -Alkylamino substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_{10}$ -Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di- $C_1$ - $C_4$ -Alkylamino substituiert ist, oder für  $C_6$ - $C_{10}$  Aryl steht, welches gegebenenfalls substituiert, insbesondere durch  $C_3$ - $C_{15}$ -Alkyl substituiert ist.
- $R^2$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes  $C_8$ - $C_{40}$ -Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

$R^3$  für geradkettiges oder verzweigtes  $C_1$ - $C_{26}$  Alkyl oder  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl steht,

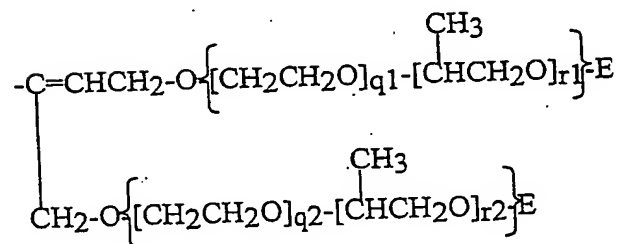
$R^4$  für  $R^3$  oder für einen Rest der Formeln



wobei

Z ein geradkettiger oder verzweigter Alkyl- oder Cycloalkylrest ist, der jeweils durch -O- und /oder -CO- unterbrochen und gegebenenfalls durch mindestens eine OH-Gruppe substituiert sein kann

oder



steht,

q für 15 bis 150 steht,

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen.

- 51 -

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 150 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 50 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 50 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 50 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 50 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 150, bevorzugt 15-150 steht,

$t$  für 0 bis 150, bevorzugt 5 bis 150 und insbesondere 5 bis 20 steht,

- 52 -

$$0 \leq z1 \leq 2000$$

$$0 \leq z2 \leq 2000$$

mindestens ein  $R4 \neq R3$ , und

für Formel (9') gilt:

$$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3 : \Sigma q \leq 1.$$

8. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 4 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Verbindung (a) um eine Verbindung der Formeln (1') bis (9') gemäß Anspruch 7 handelt, wobei

E für Wasserstoff, geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- oder mehrfach ungesättigtes  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl welches gegebenenfalls 1 bis zweifach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl steht, welches jeweils gegebenenfalls ein- bis mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

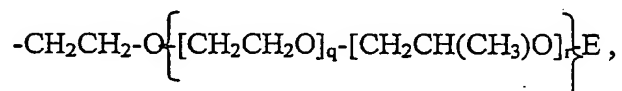
$R^1$  für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ungesättigtes  $C_{10}$ - $C_{36}$ -Alkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl oder Carbonyl, Amino, mono- oder di-  $C_1$ - $C_4$ -Alkylamino substituiert ist, oder für  $C_5$ - $C_6$ -Cycloalkyl steht, dessen Alkylkette gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch Sauerstoff- und/oder Stickstoffatome unterbrochen ist und welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl, -OH,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxy,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxycarbonyl

oder für C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub> Aryl steht, welches gegebenenfalls substituiert, insbesondere durch C<sub>3</sub>-C<sub>15</sub>-Alkyl substituiert ist.

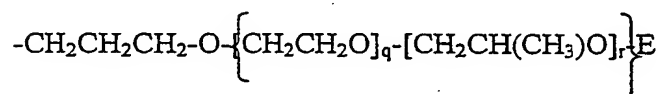
R<sup>2</sup> für geradkettiges oder verzweigtes, gesättigtes oder ein- bis mehrfach ungesättigtes C<sub>10</sub>-C<sub>36</sub>-Alkyl steht, welches gegebenenfalls ein- oder mehrfach durch -OH, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxycarbonyl oder Carbonyl substituiert ist,

R<sup>3</sup> für geradkettiges oder verzweigtes C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub> -Alkyl oder C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl steht,

R<sup>4</sup> für einen Rest R<sup>3</sup> oder für einen Rest der Formeln



oder



steht,

q für 20 bis 100 steht,

q<sub>1</sub> und q<sub>2</sub> unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von q<sub>1</sub> + q<sub>2</sub> = q ist,

q<sub>3</sub>, q<sub>4</sub>, q<sub>5</sub> und q<sub>6</sub> unabhängig voneinander für 20 bis 100 stehen,

wobei die Summe von q<sub>3</sub> + q<sub>4</sub> + q<sub>5</sub> + q<sub>6</sub> = q ist,

- 54 -

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 20 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist,

$m$  für 1 bis 7 steht,

$m_7$  und  $m_8$  unabhängig voneinander für 1 bis 7 stehen,

wobei  $2 \leq m_7 + m_8$ , und

das Verhältnis von  $q : m \geq 4$  ist,

$s$  für 5 bis 100, bevorzugt 15 bis 100 steht,

$t$  für 5 bis 100, bevorzugt 5 bis 20 steht,

wobei  $t : s \leq 0,25$

$0 \leq z_1 \leq 2000$

$0 \leq z_2 \leq 2000$

mindestens ein  $R_4 \neq R_3$ ,



und

für die Formel (9') gilt:

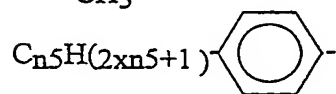
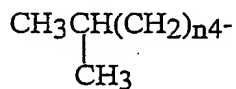
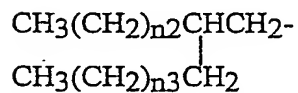
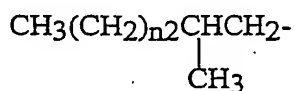
$$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q \leq 0,5.$$

9. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung (a) den Formeln (1) bis (9) gemäß Anspruch 5 entspricht, wobei

E für  $H$ ,  $CH_3$ -,  $CH_3CH_2$ -,  $CH_3CH_2CH_2$ -,  $(CH_3)_2CH$ -,  
 $CH_3CH_2CH_2CH_2$ - oder  $CH_3C(O)$ -

steht,

$R^1$  für einen Rest der Formeln

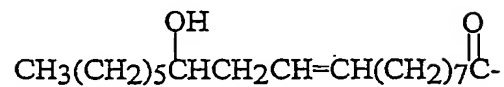
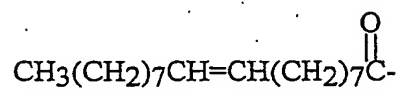
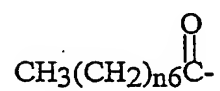


- 56 -

mit

 $n_1 = 9 \text{ bis } 23,$  $n_2 = 3 \text{ bis } 23,$  $n_3 = 0 \text{ bis } 18,$  $n_4 = 7 \text{ bis } 23,$  $n_5 = 3 \text{ bis } 15,$ 

steht,

 $R^2$  für einen Rest der Formeln

mit

 $n_6 = 8 \text{ bis } 28,$ 

steht,

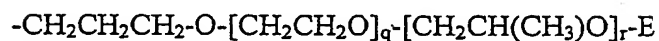
- 57 -

$R^3$  für  $C_1$ - $C_{18}$ -Alkyl oder  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl steht,

$R^4$  für einen Rest  $R^3$  oder für einen Rest der Formeln



oder



steht,

$q$  für 25 bis 60 steht,

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3$ ,  $q_4$ ,  $q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 10 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

$r_3$ ,  $r_4$ ,  $r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

- 58 -

das Verhältnis von  $r : q \leq 0.25$  ist, und

für die Formel (9) gilt

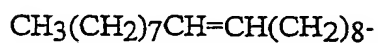
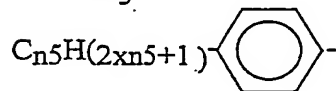
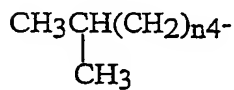
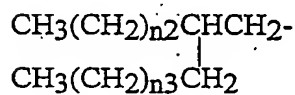
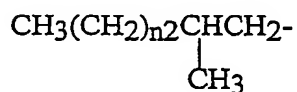
$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q+r \leq 0,1$

10. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 4 und 7 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung (a) den Formeln (1') bis (9') gemäß Anspruch 7 entspricht, wobei

E für  $H$ ,  $CH_3-$ ,  $CH_3CH_2-$ ,  $CH_3CH_2CH_2-$ ,  $(CH_3)_2CH-$ ,  
 $CH_3CH_2CH_2CH_2-$  oder  $CH_3C(O)-$

steht,

$R^1$  für einen Rest der Formeln



- 59 -

$n_1 = 9 \text{ bis } 23,$

$n_2 = 3 \text{ bis } 23, \text{ bevorzugt } 6 \text{ bis } 23$

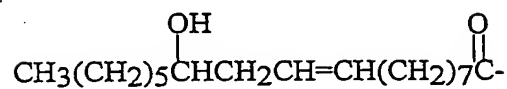
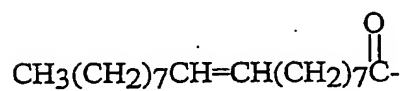
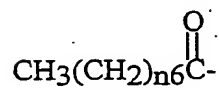
$n_3 = 0 \text{ bis } 18, \text{ wobei bevorzugt } n_2 + n_3 \leq 31 \text{ ist,}$

$n_4 = 7 \text{ bis } 23,$

$n_5 = 3 \text{ bis } 15,$

steht,

$R^2$  für einen Rest der Formeln



mit

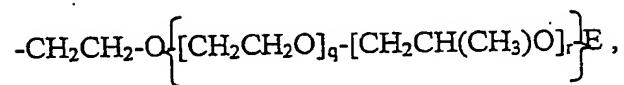
$n_6 = 8 \text{ bis } 28,$

steht,

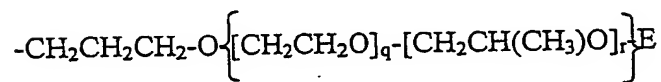
$R^3$  für  $\text{C}_1\text{-C}_{18}$ -Alkyl oder  $\text{C}_6\text{-C}_{10}$ -Aryl steht,

- 60 -

$R^4$  für einen Rest  $R^3$  oder für einen Rest der Formeln



oder



steht,

$q$  für 25 bis 60 steht,

$q_1$  und  $q_2$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_1 + q_2 = q$  ist,

$q_3, q_4, q_5$  und  $q_6$  unabhängig voneinander für 25 bis 60 stehen,

wobei die Summe von  $q_3 + q_4 + q_5 + q_6 = q$  ist,

$r$  für 0 bis 10 steht,

$r_1$  und  $r_2$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_1 + r_2 = r$  ist,

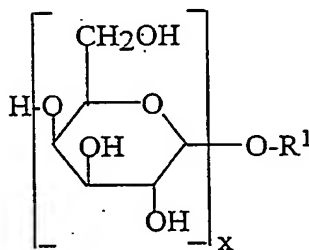
$r_3, r_4, r_5$  und  $r_6$  unabhängig voneinander für 0 bis 10 stehen,

wobei die Summe von  $r_3 + r_4 + r_5 + r_6 = r$  ist, und

für die Formel (9') gilt:

$$0,01 \leq \Sigma \text{ Alkylreste } R^3: \Sigma q \leq 0,1.$$

11. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Verbindungen (b) um Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Methylhydroxypropyl-cellulose oder um eine Verbindung der Formel

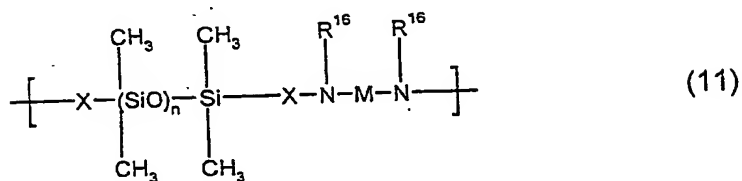
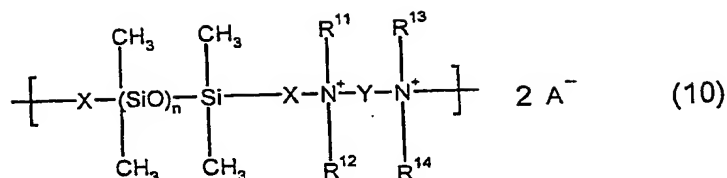


worin

x für 1.5 bis 20, bevorzugt 1,5 bis 10 steht

handelt.

12. Formulierung gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den quaternierten Aminoalkylsiloxanen um lineare oder cyclische Polysiloxanpolymere mit sich wiederholenden Struktureinheiten der Formeln (10) und (11)



worin

- X ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen ist, der eine Hydroxylgruppe aufweisen kann, bevorzugt eine Hydroxylgruppe aufweist und der durch ein Sauerstoffatom unterbrochen sein kann, und die Gruppen X in den Wiederholungseinheiten gleich oder verschieden sein können,
- Y ein zweiwertiger Kohlenwasserstoffrest mit mindestens 2 Kohlenstoffatomen ist, der eine Hydroxylgruppe aufweisen und der durch ein oder mehrere Sauerstoff- oder Stickstoffatome unterbrochen sein kann,
- $\text{R}^{11}$ ,  $\text{R}^{12}$ ,  $\text{R}^{13}$  und  $\text{R}^{14}$  gleich oder verschieden sind und Alkylreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder Benzylreste bedeuten oder jeweils die Reste  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^3$  oder  $\text{R}^2$  und  $\text{R}^4$  Bestandteile eines verbrückenden Alkylenrestes sein können,
- $\text{R}^{16}$  H oder ein Alkylrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen ist, der sauerstoffsubstituiert sein kann,



- 63 -

M die Struktur  $-B-O-(EOx)_v(POx)_w-B-$ , worin  
EOx eine Ethylenoxideinheit und POx eine Propylenoxideinheit ist,

B gradkettiges oder verzweigtes  $C_2$  bis  $C_6$  Alkylen,

v 0 bis 200,

w 0 bis 200,

$v+w \geq 1$  entspricht,

n 2 bis 1000, worin die n in den Wiederholungseinheiten gleich oder verschieden sein können,

A<sup>-</sup> ein anorganisches oder organisches Anion bedeutet,

handelt.

13. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 12 enthaltend mindestens ein quaterniertes Aminoalkylsiloxan und mindestens eine Verbindung aus der Reihe der hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen (a).
14. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, dass als Verbindung (a) der Ester aus Stearinsäure und 40 mol EO enthalten ist.

15. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass als weitere Komponente mindestens eine Verbindung (f) aus der Reihe der grenzflächenaktiven Verbindungen und Emulgatoren enthalten ist.
16. Formulierungen gemäß Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass als grenzflächenaktive Substanzen f) der Ether von Tridecylalkohol mit 12 mol EO und der Ether von Tridecylalkohol mit 6 mol EO enthalten ist.
17. Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Mengen an hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen (a) und/oder hydrophilen Dispergiermitteln (b) und/oder Salzen (c) zu den Mengen an quaternierten Aminoalkylsiloxan-Verbindungen in einem Mengenverhältnis  $\Omega$  von  $\Omega = 0.05$  bis 10 stehen.
18. Verwendung der Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 17 als Textilweichmacher bei der Ausrüstung von textilen Flächengebilden nach dem Kontinue- oder Ausziehverfahren.
19. Verwendung gemäß Anspruch 18 zur Ausrüstung von textilen Flächengebilden aus Baumwolle, Keratinfasern, bevorzugt Wolle, Seide, Synthefasern oder Mischungen der vorgenannten Typen.
20. Verwendung gemäß Anspruch 18 zur Ausrüstung von textilen Flächengebilden aus Mischungen von Baumwolle mit Polyester, Polyamid, Polyacrylnitril, Wolle oder Seide.
21. Verwendung gemäß Anspruch 18 zur Ausrüstung von textilen Flächengebilden aus Polyester, Polyamid, Polypropylen oder Mischungen daraus.

22. Verwendung gemäß wenigstens einem der Ansprüche 19 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass mit anionischen Weißtönern vorbehandelte textile Flächengebilde aus Baumwolle oder aus Mischungen von Baumwolle mit Polyester, Polyamid, Polyacrylnitril, Wolle oder Seide in einem Jet-Färbeapparat ausgerüstet werden.
23. Verfahren zur Herstellung der Formulierungen gemäß wenigstens einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens ein quaterniertes Aminoalkylsiloxan mit mindestens einer Verbindung aus der Reihe
- (a) der hydrophilen, nichtionogenen grenzflächenaktiven Verbindungen,
  - (b) der hydrophilen Dispergiemittel und
  - (c) der Salze von zwei- oder dreiwertigen Metallen mit anorganischen Säuren;
- und gegebenenfalls weiteren Hilfs- und/oder Zusatzstoffen im Temperaturbereich von bevorzugt 20 bis 90°C mischt.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**